

金属及合金分析方法

(内部資料 注意保存)

九〇二厂第二研究室編

一九七一年十月

毛 主 席 語 录

中国共产党是全中国人民的领导核心。沒有这样一个核心，社会主义事业就不能胜利。

无产阶级文化大革命 是使我国社会主义生产力发展的一个强大的推动力。

要认真总结經驗。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

目 录

第一章 锆 (II) 合金分析

§ 1-1	锡的测定	1
§ 1-2	铁的测定	3
§ 1-3	镍的测定	4
§ 1-4	铬的测定	5
§ 1-5	硅的测定	7
§ 1-6	钨的测定	9
§ 1-7	钼的测定	10
§ 1-8	铜的测定	11
§ 1-9	氯的测定	12
§ 1-10	硼的测定	13
§ 1-11	镉的测定	15
§ 1-12	铀的测定	18
§ 1-13	铁、镍、铬的原子吸收连续测定	20

第二章 新锆合金分析

§ 2-1	钼的测定	23
§ 2-2	铁的测定	24
§ 2-3	铬的测定	25
§ 2-4	铝的测定	27
§ 2-5	铌的测定	29

第三章 钛合金分析

§ 3-1	铁的测定	32
§ 3-2	硅的测定	33
§ 3-3	钼的测定	35
§ 3-4	锡的测定	36
§ 3-5	铬和钒的连续测定	38
§ 3-6	铌的测定	41
§ 3-7	锆的测定	43
§ 3-8	钨的测定	45
§ 3-9	铜的测定	47
§ 3-10	锰的测定	48
I	亚砷酸—亚硝酸钠容量法	48
II	比色法	50
§ 3-11	铝的测定	51

第四章 钛的中间合金分析

§ 4-1	铝—钒中间合金的分析	55
I	钒的测定	55
II	铝的测定	56
§ 4-2	铝—锡—硅中间合金的分析	58
I	锡的测定	58
II	硅的测定	59
§ 4-3	铝—钼中间合金中钼的测定	61
I	重量法	61
II	EDTA容量法	62

II 高锰酸钾容量法	64
§ 4-4 铝—钼中间合金中硅的测定	66
§ 4-5 铝—钨中间合金中钨的测定	67

第五章 铌钛合金分析

§ 5-1 钛的测定	69
§ 5-2 铌的测定	71
§ 5-3 铁的测定	72
§ 5-4 镍的测定	74
§ 5-5 铜的测定	76
§ 5-6 硅的测定	78
§ 5-7 钨的测定	80
§ 5-8 钼的测定	83

第六章 铌合金分析

§ 6-1 铌锡合金中锡的测定	85
§ 6-2 铌—钨—锆合金分析	86
I 钨的测定	86
II 钼的测定	88
III 锆的测定	90
IV 铁的测定	92
V 硅的测定	92
VI 铜的测定	93
§ 6-3 铌—钛—钼合金分析	93
I 钼的测定	93
II 钛、钨、钼、铁、硅的测定	95

§ 6-4 铌—钽—锆合金分析	95
I 钽的测定	95
II 铌、钨、钼、铁、硅的测定	97
§ 6-5 钼—钨合金及铌—钨合金中钨的测定	97

第七章 钨合金分析

§ 7-1 钨—钽合金分析	98
I 钨钽粉中二氧化钽的测定	98
II 三氧化钨中氧化钽的测定	100
III 硝酸钽溶液中氧化钽的测定	101
IV 钨钽粉中杂质铁的测定	102
V 钨钽粉中杂质镍的测定	103
VI 钨钽粉中杂质钼的测定	105
VII 钨钽粉中杂质硅的测定	107
§ 7-2 钨—钴合金中钴的测定	109
§ 7-3 钨—银合金中银的测定	110
§ 7-4 钨—钼合金中钼的测定	112
§ 7-5 钨—铼及钼—铼合金中铼的测定	114
§ 7-6 钨渗铜中锡的测定	116
§ 7-7 钨—钡合金中钡的测定	118
§ 7-8 钨—钡合金中钨的测定	120
§ 7-9 钨—铜—铋—锆合金中铋的测定	122
§ 7-10 钨—铜—镍—锆合金中镍的测定	123
§ 7-11 钨—铜—铋—锆合金中铜的测定	125
§ 7-12 钨—铜—锡—铋—铌—锆合金中 锆的测定	127

第八章 其他金屬合金分析

§ 8-1 鉬頂頭中鈦、鋁和硼的分析	130
I 鉬頂頭中鈦的測定	130
II 鉬頂頭中鋁的測定	131
III 鉬頂頭中硼的測定	133
§ 8-2 紫銅中銅的測定	135
§ 8-3 純鎳中鎳的測定	137
§ 8-4 鎢—銅—鉛中銅和鉛的測定	138
I 銅的測定	138
II 鉛的測定	140
§ 8-5 康銅中鎳和錳的測定	142
I 鎳的測定	142
II 錳的測定	143
§ 8-6 鋼中鉻、鎳和鎢的測定	144
I 鎳和鉻的連續測定	144
II 鎢的測定	146
§ 8-9 孟乃爾合金中鐵、錳、銅、硅的測定	147
I 鐵的測定	147
II 錳的測定	149
III 銅的測定	140
IV 硅的測定	141

第九章 貴金屬合金分析

§ 9-1 銀—鎳—鎂中鎳、鎂的測定	153
I 鎳的測定	153

I	镁的测定	154
§ 9-2	银—铜—钒合金中铜钒的测定	155
§ 9-3	银—铜—镍中铜镍的测定	157
§ 9-4	银—钼合金中钼的测定	160
§ 9-5	银—锰合金中锰的测定	161
§ 9-6	银—铁合金中铁的测定	162
§ 9-7	银—锌合金中锌的测定	163
§ 9-8	银—锗—铟合金中锗和铟的测定	164
I	锗的测定	164
I	铟的测定	166
§ 9-9	银—铜—钒—铍合金中铍的测定	167
§ 9-10	银—铜—钒—钼合金中钼的测定	160
§ 9-11	金—锑合金中锑的测定	170
§ 9-12	金—铁—钛合金中铁、钛的测定	172
§ 9-13	金—磷合金中磷的测定	175
§ 9-14	铂—钨合金中钨的测定	177
§ 9-15	铂—钴合金中钴的测定	178
§ 9-16	钼—银—金合金中金和银的测定	180
§ 9-17	钼—银合金中银的测定	181
§ 9-18	钼—铜合金中铜的测定	183
§ 9-19	锡—银合金中银的测定	184

第十章 海绵钛、锆、铅分析

§ 10-1	海绵钛中铁、硅、氯的测定	186
I	铁的测定	186
I	硅的测定	187

II	氯的测定	188
§ 10-2	海绵铅分析	190
I	铁的测定	190
I	铬的测定	190
II	铜的测定	193
IV	钼的测定	194
V	钨钼连续测定	195
VI	硅的测定	198
VI	氯的测定	200
VII	镉的测定	201
IX	硼的测定	203
§ 10-3	海绵铅分析	205
I	钨钼连续测定	205
I	硅的测定	205
II	镉的测定	205
IV	硼的测定	205

第十一章 其他純金屬分析

§ 11-1	鉍中杂质分析	206
I	鉍的测定	206
I	钨的测定	207
§ 11-2	鉍中杂质分析	209
I	鉍的测定	209
I	钨的测定	210
§ 11-3	纯铁中硅、磷的测定	210
I	硅的测定	210

I 锰的测定	212
II 磷的测定	213
§ 11-4 金属铬中硅铁的测定	214
I 硅的测定	214
II 铁的测定	215
§ 11-5 金属镍中硅的测定	217

第十二章 高純金屬钨、铼、钼的 化学光谱测定

§ 12-1 高纯金属钨中杂质元素的化学 光谱测定	219
§ 12-2 高纯金属铼的分析	222
I 高纯金属铼中痕量杂质的化学光谱测定	222
II 高纯铼中钾、钠、钙的火焰光度法测定	225
III 高纯铼中硅的分光光度法测定	226
§ 12-3 高纯钼中杂质的化学光谱测定	228

第十三章 与合金生产有关的几种 材料的分析

§ 13-1 河水中钙、镁的火焰光度法测定	232
§ 13-2 玻璃中二氧化硅、三氧化二硼的测定	233
I 二氧化硅测定	233
II 三氧化二硼的测定	234
§ 13-3 氯化钾的测定	236
§ 13-4 氯化钠的测定	238
§ 13-5 炉渣中铝、镁、硅的分析	239

I	铝的测定	329
I	镁的测定	240
II	硅的测定	241
§ 13-6	硅酸钾和氢氧化钾溶液中钾测定	242
§ 13-7	硅酸钾溶液中二氧化硅的测定	244
§ 13-8	硝酸铝溶液中氧化铝的测定	245
§ 13-9	三氧化钨(BA_3BA_5) 添加料的分析	246
I	氧化铝的测定	246
I	二氧化硅的测定	248
§ 13-10	钨钼氧化物中杂质的分析	250
I	氧化铝的测定	250
I	二氧化硅的测定	251
II	三氧化二铁的测定	253
IV	镍的测定	254
V	钼的测定	256

第十四章 锆铪及其合金的光谱分析

§ 14-1	金属锆及氧化锆中杂质元素的光谱测定	258
§ 14-2	金属锆及氧化锆中铪的光谱测定	260
§ 14-3	金属铪及氧化铪中杂质元素的光谱测定	263
§ 14-4	高纯铪中杂质元素的蒸发法光谱测定	266
§ 14-5	金属铪及氧化铪中锆的荧光-X 射线 光谱测定	269
§ 14-6	锆-2合金中主成份锡、铁、镍、铬的 荧光-X 射线光谱测定	271
§ 14-7	锆-2合金中杂质元素的光谱测定	273

§ 14-8	锆-2合金中杂质元素的光电光谱测定	27
§ 14-9	锆-2合金中铪的光谱测定	277
§ 14-10	新锆合金中杂质元素的光谱测定	279
§ 14-11	新锆合金中铪的光谱测定	281
§ 14-12	新锆合金中硼的光谱测定	283

第十五章 钨、钼、钽、铌及其合金 的光谱分析

§ 15-1	金属钨及氧化钨中杂质元素的光谱测定	286
§ 15-2	高纯金属钨及氧化钨中杂质元素的光谱测定	288
§ 15-3	氧化钨中钛的光谱测定	291
§ 15-4	金属钼及三氧化钼中杂质元素的光谱测定	292
§ 15-5	金属钼及三氧化钼中钛、铝、钙的光谱测定	295
§ 15-6	钼基合金中主成份钛、锆的荧光-X射线光谱测定	298
§ 15-7	金属钽中杂质元素的光谱测定	300
§ 15-8	金属钽及五氧化二钽中杂质元素的控制气氛光谱测定	303
§ 15-9	金属钽及五氧化二钽中杂质元素的蒸发法光谱测定	305
§ 15-10	金属铌中杂质元素的光谱测定	308
§ 15-11	钽、铌合金中杂质元素的光谱测定	311

§ 15-12	钽、铌合金中铌的荧光-X 射线光谱测定	313
§ 15-13	钽、铌氧化物混合物中钽铌氧化物的光电光谱测定	314

第十六章 貴金屬及其合金的光譜分析

§ 16-1	铂中杂质元素的光谱测定	317
§ 16-2	鈳中杂质元素的光谱测定	321
§ 16-3	金中杂质元素的光谱测定	324
§ 16-4	银中杂质元素的光谱测定	327
§ 16-5	鈳基合金中杂质元素的光谱测定	329
§ 16-6	银铂合金中杂质元素的光谱测定	331
§ 16-7	金、镍合金中镍的荧光-X 射线光谱测定	333
§ 16-8	铂鈳合金中鈳的荧光-X 射线光谱测定	336
§ 16-9	铂、铱合金中铱的荧光-X 射线光谱测定	338
§ 16-10	鈳、铱合金中铱的荧光-X 射线光谱测定	340
§ 16-11	金铬合金中铬的荧光-X 射线光谱测定	341
§ 16-12	金、锑合金中锑的荧光-X 射线光谱测定	343
§ 16-13	金、锆合金中锆的荧光-X 射线光谱测定	345
§ 16-14	金基合金中铁、钛的荧光-X 射线光谱测定	347

§ 16-15 金基合金中鈹、铁、钛的荧光-X射线 光谱测定	349
§ 16-16 金基合金中铁, 钛、钇的荧光-X 射线光谱测定	351
§ 16-17 金基合金中镍、铬、铁、钇的 荧光-X 射线光谱测定	533

第十七章 其它金属的光谱分析

§ 17-1 金属钛中杂质元素的光谱分析	356
§ 17-2 钛镍合金中杂质元素的光谱测定	358
§ 17-3 金属钨中杂质元素的光谱测定	360
§ 17-4 金属铬中杂质元素的光谱测定	363
§ 17-5 金属镍中杂质元素的光谱测定	365
§ 17-6 金属铜中杂质元素的光谱测定	386
§ 17-7 金属铁中杂质元素的光谱测定	370

第十八章 金属及合金中氢、氧、 碳、氮、的测定

§ 18-1 金属及合金中氢的测定	373
I 真空熔化钨管扩散微压法测定氢	373
II 真空热抽取气相色谱法测定氢	376
III 金属钛中氢的测定(特例)	380
§ 18-2 金属及其合金中氧的测定	381
I 真空熔化微压法测定氧	382
II 真空热抽取微压法测定氧	387
III 库仑滴定法测定氧	390

§ 18-3 金属及其合金中氮的测定	396
I 容量法测定氮	397
II 比色法测定氮	400
§ 18-4 金属及其合金中碳的测定	403
I 气体吸收容量法测定碳	404
II 电导法测定碳	407
III 库仑滴定法测定碳	410

附录一 试剂及无机物的提纯和制备

一 有机试剂的提纯	416
I 前言	416
II 四氯化碳的提纯与回收	417
III 废四氯化碳的回收提纯	417
IV 三氯甲烷的提纯与回收	418
V 废三氯甲烷的回收与提纯	419
VI 异丙醚的提纯与回收	420
VII 乙醇的提纯与无水乙醇的制取	422
二 无机酸的提纯	423
I 前言	423
II 盐酸的提纯	424
III 硝酸的提纯	427
IV 氢溴酸的提纯	428
V 氢氟酸的提纯	429
VI 溴的提纯	430
VII 高氯酸的提纯	432
三 无机物的制备和提纯	433

I	五氧化二钽的制备	434
II	五氧化二铌的制备	435
III	二氧化锆的制备	437
IV	二氧化锆的制备	438
V	二氧化钛的制备	440
VI	氯化银的制备	443
VII	铂的回收	444

附录二 标准溶液的配制和校对

一	锂标准溶液的配制及校对	446
二	铍标准溶液的配制及校对	447
三	硼标准溶液的配制及校对	448
四	氮标准溶液的配制及校对	450
五	氟标准溶液的配制及校对	451
六	钠标准溶液的配制及校对	453
七	镁标准溶液的配制及校对	454
八	铝标准溶液的配制及校对	455
九	硅标准溶液的配制及校对	457
十	磷标准溶液的配制及校对	459
十一	硫标准溶液的配制及校对	460
十二	氯标准溶液的配制及校对	461
十三	钾标准溶液的配制及校对	462
十四	钙标准溶液的配制及校对	463
十五	钛标准溶液的配制及校对	464
十六	钒标准溶液的配制及校对	466
十七	铬标准溶液的配制及校对	468

十八	锰标准溶液的配制及校对	469
十九	铁标准溶液的配制及校对	470
二十	钴标准溶液的配制及校对	472
二一	镍标准溶液的配制及校对	473
二二	铜标准溶液的配制及校对	474
二三	锌标准溶液的配制及校对	476
二四	镓标准溶液的配制及校对	477
二五	锗标准溶液的配制及校对	479
二六	砷标准溶液的配制及校对	481
二七	锆标准溶液的配制及校对	482
二八	钼标准溶液的配制及校对	484
二九	银标准溶液的配制及校对	487
三十	镉标准溶液的配制及校对	488
三一	铟标准溶液的配制及校对	489
三二	锡标准溶液的配制及校对	491
三三	锑标准溶液的配制及校对	492
三四	钡标准溶液的配制及校对	494
三五	钨标准溶液的配制及校对	495
三六	金标准溶液的配制及校对	497
三七	铅标准溶液的配制及校对	498
三八	铋标准溶液的配制及校对	500
三九	汞标准溶液的配制及校对	501

附录三 常用试剂的配制和标定

一	氧化还原用标准试剂	504
1.	硫代硫酸钠溶液	504